

19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour
le classement et les
commandes de reproduction).

2.219.918

21) N° d'enregistrement national
(A utiliser pour les paiements d'annuités,
les demandes de copies officielles et toutes
autres correspondances avec l'I.N.P.I.)

74.07081

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

1^{re} PUBLICATION

22) Date de dépôt 1er mars 1974, à 15 h 54 mn.

41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. - «Listes» n. 39 du 27-9-1974.

51) Classification internationale (Int. Cl.) C 06 d 5/06; B 60 r 21/02.

71) Déposant : Société dite : ASAHI KASEI KOGYO KABUSHIKI KAISHA, résidant au Japon.

73) Titulaire : *Idem* 71)

74) Mandataire : Cabinet Z. Weinstein.

54) Compositions productrices de gaz et procédé de préparation d'articles moulés par
compression à partir de celles-ci.

72) Invention de :

33) 32) 31) Priorité conventionnelle : Demandes de brevets déposées au Japon le 3 mars 1973,
n. 25.524/1973, n. 25.525/1973 et n. 25.526/1973 au nom de la demanderesse.

USP
= 3920575

La présente invention concerne les compositions productrices de gaz ; elle a aussi pour objet un procédé pour préparer des articles moulés par compression à partir desdites compositions.

5 Récemment, on s'est considérablement intéressé à la mise au point de moyens sûrs pour protéger un passager du choc, dans un véhicule à vitesse élevée telle qu'une automobile. A part la ceinture de sécurité, on a proposé un dispositif formant sac protecteur selon lequel un sac plié est rapidement gonflé et déployé, au moment
10 d'un choc dû à une collision ou accident, dans une automobile, pour empêcher le passage de cette automobile d'être projeté violemment contre le volant, le tableau de bord ou une autre structure de l'automobile.

L'une des sources de gaz que l'on utilise de préférence pour le gonflage du sac est constituée par une composition chimique génératrice de gaz, se présentant à l'état solide, étant donné que le volume requis pour contenir une telle composition solide est plus petit que celui correspondant à un liquide ou gaz comprimé, qu'un récipient résistant
15 à la pression n'est pas nécessaire, et que la vitesse de production du gaz peut être facilement contrôlée ou régulée.

La demanderesse a déjà proposé une composition chimique génératrice de gaz comprenant (I) au moins un azide métallique choisi dans le groupe formé par les azides
25 de métaux alcalins, les azides de métaux alcalino-terreux et les hydroxy-azides métalliques de formule générale $M(OH)_m(N_3)_n$ dans laquelle M représente le magnésium, le strontium, le zinc, le bore, l'aluminium, le silicium, l'étain, le titane, le zirconium, le magnésium, le chrome, le cobalt ou le nickel, (m + n) représente la valence atomique de M, et m et n représentent chacun un nombre positif,
30 et (II) au moins un agent oxydant ou une composition de combustion comprenant au moins un agent oxydant et au moins un agent réducteur. Ces azides métalliques produisent non seulement une grande quantité d'azote gazeux moléculaire non toxique seul par décomposition, mais aussi ils sont
35 stables dans l'intervalle de températures mis en oeuvre et ils

sont aptes à se décomposer d'une manière appropriée par ignition. Cependant, parmi ces azides métalliques, les azides de métaux alcalino-terreux sont remarquablement sensibles au frottement ou friction et au choc et ils s'enflamment facilement dans certains cas, de sorte que leur manipulation exige les plus grandes précautions. En outre, de nombreux agents oxydants et compositions de combustion qui sont incorporés dans la composition productrice de gaz afin d'obtenir une vitesse de production de gaz qui soit contrôlée ou régulée, sont hautement sensibles au frottement ou friction et au choc en eux mêmes. En conséquence, l'addition d'un azide de métal alcalino-terreux entraîne tout au plus l'accroissement de la sensibilité de la composition génératrice de gaz au frottement et au choc. Ainsi, même lorsque les azides alcalino-terreux et les hydroxy-azides métalliques de sensibilité relativement faible sont employés, la composition génératrice de gaz comprenant un agent oxydant ou une composition de combustion a sa sensibilité au frottement et au choc accrue, ce qui cause souvent des problèmes de manipulation embarrassants.

Afin de maintenir constante la vitesse de production du gaz, il est nécessaire que chacun des constituants des compositions productrices de gaz soit moulé sous la forme d'articles mis en forme. Puisqu'il existe une probabilité élevée pour que la composition productrice de gaz soit exposée à des vibrations importantes et à des variations importantes de températures se produisant sur une longue durée, pendant le stockage dans une automobile, il est souhaitable que les articles mis en forme soient solides ou consistants et durables afin de ne pas entraîner une fluctuation de la vitesse de production de gaz sur une longue durée. En ce qui concerne le procédé de moulage des compositions productrices de gaz, on peut concevoir que le moulage par compression, par exemple en comprimés est celui que l'on préfère le plus afin de produire des articles ayant une forme bien déterminée, solide et non modifiable dans le temps. Lorsqu'on moule par compression, dans une machine de fabrication de comprimés ou analogue, une composition

pulvérisante constituée d'au moins un azide métallique et d'au moins un agent d'oxydation, la composition s'enflamme habituellement en raison du frottement entre la surface latérale du comprimé et celle d'un mortier au moment du dé-
5 chargement du comprimé par un pilon descendant, après compression. Même en utilisant des combinaisons spéciales d'azides métalliques et d'agents oxydants, les comprimés résultants, qui sont en petit nombre, ne présentent pas une dureté uniforme. On observe également une séparation de
10 phase des comprimés et l'élimination, par rupture, du bord supérieur de ceux-ci, et ainsi, il est très difficile d'obtenir des comprimés de forme parfaite.

Il a été aussi proposé par la demanderesse un procédé de préparation d'articles mis en forme, lequel pro-
15 cédé comprend l'addition de 0,05 à 5 parties en poids d'un composé de poids moléculaire élevé, type caoutchouc, ayant une élasticité du type du caoutchouc, à 100 parties de la composition génératrice de gaz comme décrit plus haut (demande de brevet japonais n° 91.075/1972). Ce procédé est
20 efficace pour produire d'une manière très sûre un article mis en forme ayant une bonne dureté mais, lorsqu'on produit un gaz par combustion des comprimés obtenus à partir de ladite composition génératrice de gaz, on détecte dans le résidu de combustion des cyanures ayant une toxicité élevée. Quoique,
25 lorsque des résines de silicones sont employées en tant que composé type caoutchouc, la quantité de cyanures soit très faible, la production de cyanures même en très petite quantité doit être empêchée.

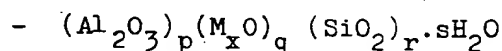
Conformément à la présente invention, il est proposé
30 une composition productrice de gaz qui comprend :

(I) au moins un azide métallique choisi dans le groupe formé par les azides de métaux alcalins, les azides de métaux alcalino-terreux et les hydroxy-azides métalliques de formule générale $M(OH)_m(N_3)_n$ dans laquelle M représente
35 le magnésium, le calcium, le strontium, le zinc, le bore, l'aluminium, le silicium, l'étain, le titane, le zirconium, le magnésium, le chrome, le cobalt ou le nickel ; $(m + n)$ représente une valence atomique de M ; et m et n représentent

chacun un nombre positif ;

(II) au moins un agent oxydant ou une composition de combustion comprenant au moins un agent oxydant et au moins un agent réducteur ; et

5 (III) au moins un composé choisi dans le groupe formé par :



10 dans laquelle M représente le lithium , le sodium, le potassium, le strontium, le magnésium, ou le calcium; x est 1 ou 1 ; p et q représentent zéro ou un nombre positif , respectivement, mais p et q ne sont pas simultanément zéro ; r est un nombre positif ; et s est zéro ou un nombre positif ;

15 - le chlorure de potassium , le bromure de potassium, le chlorure de calcium, le bromure de sodium, le bromure de strontium et l'hydroxyde de strontium ;

20 en une quantité allant d'environ 0,5 à 30 parties en poids pour 100 parties en poids du total de l'azide métallique (I) et de l'agent oxydant ou composition de combustion (II).

25 Les compositions productrices de gaz de la présente invention produisent substantiellement seulement des gaz et résidus de combustion non toxiques et la décomposition de celles-ci peut être effectuée à une vitesse contrôlée ou prédéterminée de façon à provoquer le gonflage du sac protecteur en une durée de l'ordre de 20 à 80 millisecondes à partir du moment du choc de collision d'un véhicule à vitesse élevée comme une automobile, également sans risque de combustion desdites compositions génératrices de gaz par frottement et choc lors du moulage, ces compositions pouvant donner des articles mis en forme, générateurs de gaz, tels que des comprimés, qui supportent d'importantes vibrations et d'importants changements de température lorsqu'ils sont stockés ou conservés dans une automobile pendant une longue durée.

35 Comme exemples d'azides de métaux alcalins et d'azides

de métaux alcalino-terreux, on peut citer l'azide de lithium, l'azide de sodium, l'azide de potassium, l'azide de magnésium, l'azide de calcium, l'azide de strontium et l'azide de baryum. Les hydroxy- azides métalliques représentés
5 par la formule $M(OH)_m(N_3)_n$ comprenant par exemple, $Mg(OH)_{1,2}(N_3)_{0,8}$; $Al(OH)_{1,2}(N_3)_{0,8}$ et $Ca(OH)_{1,1}(N_3)_{0,9}$ et ils peuvent être préparés sous forme de poudre solide par un procédé comprenant l'addition goutte à goutte de
10 H_2SO_4 concentré à une solution aqueuse d'azide de sodium à l'ébullition pour produire l'azide d'hydrogène, la dissolution dudit azide d'hydrogène dans de l'eau refroidie, puis l'addition d'hydroxyde métallique à la solution aqueuse résultante et enfin l'évaporation de l'eau et de l'excès
15 d'azide d'hydrogène de celle-ci. Ainsi, par introduction du groupe hydroxy dans les azides métalliques pour remplacer une partie du métal par un groupe hydroxy, on peut aussi employer un métal qui ne peut être utilisé sous forme d'azide métallique en raison de sa sensibilité trop élevée à la chaleur et au choc.

20 Parmi les azides métalliques précités, l'azide^{de} strontium, l'azide de baryum et l'azide de sodium sont particulièrement excellents par le fait qu'ils n'entraînent pas de combustion explosive ou de combustion violente dans un récipient fermé par le fait qu'ils sont thermiquement stables.

25 Comme exemples d'agents oxydants appropriés, on peut citer les sels d'acide halogénés tels que le perchlorate de lithium, le perchlorate de potassium, le perchlorate d'ammonium, le perchlorate de sodium, le chlorate de potassium et le
30 bromate de potassium, des nitrates comme le nitrate de potassium et le nitrate de baryum; des peroxydes métalliques comme le peroxyde de lithium, le peroxyde de sodium, le peroxyde de potassium, le peroxyde de baryum et le peroxyde de plomb; des oxydes métalliques comme le bioxyde de manganèse, le
35 tétra-oxyde de tri-plomb, l'oxyde de plomb, le trioxyde de chrome, l'oxyde ferrique (Fe_2O_3) et l'oxyde ferreux - ferrique de fer (Fe_3O_4). On peut aussi employer des mélanges de ces composés. Parmi ces agents oxydants, on emploie de préférence

du point de vue de la non-toxicité , de la non-hygroscopicité, de la stabilité chimique et de la stabilité thermique, le perchlorate de potassium, le nitrate de potassium , l'oxyde ferrique et l'oxyde ferreux-ferrique (oxyde magnétique de fer).

Les compositions de combustion qui sont employées avec les azides métalliques comprennent au moins un agent oxydant , comme décrit plus haut, et au moins un agent réducteur.

Comme exemple d'agents réducteurs , on peut citer des métaux tels que le zirconium, le magnésium, le bore, l'aluminium, le silicium, le ferro-silicium, le titane et le manganèse.

La composition de combustion peut en outre contenir des poudres telles que de la poudre noire, de la poudre sans fumée, de l'acide picrique et du trinitrotoluène, ainsi que des mélanges de divers polymères et d'un agent oxydant en une quantité telle que ne soient pas grandement modifiés ou affectés la composition génératrice de gaz, la température de production du gaz et le résidu de combustion de ladite composition.

La quantité d'agents oxydants ou de composition de combustion peut varier en fonction de facteurs tels que l'agent d'oxydation et la composition de combustion choisis ne produisent pas un gaz toxique et que la température de production du gaz ne s'élève pas trop haut, c'est-à-dire en-dessous d'environ 1500 °C. En général, cependant, la quantité précitée est dans l'intervalle allant d'environ 1 à 50 parties en poids pour 100 parties d'azide métallique .

La quantité de composé (III) peut varier en fonction de facteurs tels que l'azide métallique, l'agent d'oxydation ou la composition de combustion choisis ou le rapport de l'azide métallique à l'agent d'oxydation ou à la composition de combustion employé. D'une manière typique, cependant, cette quantité est dans l'intervalle allant d'environ 0,5 à 30 parties en poids pour 100 parties du total d'azide métallique et d'agent oxydant ou composition de combustion. Lorsque cette quantité est inférieure à 0,5 partie en poids,

les effets souhaités sont à peine obtenus. D'autre part, des quantités supérieures à 30 parties accroissent beaucoup trop, d'une manière désavantageuse, le volume et le poids de la composition productrice de gaz puisque le composé (III) ne produit pas en lui même un gaz.

La dimension optimale de particules du composé (III) varie en fonction de la nature et des dimensions de particules de l'azide métallique, de l'agent d'oxydation ou de la composition de combustion, ainsi que des autres additifs choisis. En général, plus les dimensions de particule sont petites, plus les effets souhaités sont accrus.

Les composés de formule $(Al_2O_3)_p(M_xO)_q(SiO_2)_r \cdot nH_2O$ peuvent être des composés naturels ou des composés synthétiques et ils comprennent, par exemple, des verres de silicate alcalins, sous forme de solutions aqueuses concentrées ou de solides, tels que $(Na_2O)_q(SiO_2)_r \cdot nH_2O$; $(K_2O)_q(SiO_2)_r \cdot nH_2O$; $(Li_2O)_q(SiO_2)_r \cdot nH_2O$; où r/q va de 1 à 4 et de préférence de 2 à 4; $(Al_2O_3)_p(SiO_2)_r \cdot nH_2O$; $(MgO)_q(SiO_2)_r \cdot nH_2O$; $(Al_2O_3)_p(MgO)_q(SiO_2)_r \cdot nH_2O$; $(Al_2O_3)_p(K_2O)_q(SiO_2)_r \cdot nH_2O$; $(Al_2O_3)_p(Na_2O)_q(SiO_2)_r \cdot nH_2O$; $(Al_2O_3)_p(CaO)_q(SiO_2)_r \cdot nH_2O$; et les mélanges de ces composés. Cependant, l'addition de SiO_2 , pulvérulente, qui correspond à $p = 0$ et $q = 0$, accroît la sensibilité au frottement et la sensibilité au choc de la composition productrice de gaz, quoique son aptitude au moulage soit améliorée, et ainsi les effets souhaités des composés de la formule précédente se sont révélés inattendus. En particulier, lorsque M est le magnésium, l'aptitude au moulage tend à diminuer lorsque les quantités s'accroissent, la quantité étant de préférence d'au moins 5 parties. Lorsque p est égal à zéro, l'effet de dimensions des particules devient remarquable.

De plus, la composition génératrice de gaz peut contenir des agents liants tels que de hauts polymères du type caoutchouc ou élastomères comprenant les caoutchoucs de butadiène, les caoutchoucs butadiène-styrène et les caoutchoucs de silicone, des catalyseurs pour favoriser ou activer la

combustion et des stabilisants.

En général, les compositions productrices de gaz peuvent être employées sous la forme de granulés, granules, boulettes, comprimés ou analogues, et particulièrement sous la forme de comprimés, ces comprimés pouvant être généralement préparés en mélangeant les constituants pulvéulents de la composition productrice de gaz, dans leur état pulvérulent, et en moulant par compression le mélange résultant pour former des comprimés au moyen d'une machine de fabrication de comprimés.

Il a maintenant été découvert que, lorsque de l'eau est ajoutée à la composition génératrice de gaz, le mélange résultant peut être moulé en granules et que, de plus, les granules desquels l'eau est éliminée par chauffage peuvent être moulés par compression en des articles tels que des comprimés ayant une excellente dureté et ce, sans inflammation.

La quantité d'eau peut varier dans de larges limites en fonction de facteurs tels que la solubilité dans l'eau de la composition productrice de gaz et le procédé de préparation des granules qui est employé. En outre, lorsque l'azide métallique est redissous dans l'eau, le métal est susceptible d'être remplacé par un autre métal et ainsi l'azide métallique devient chimiquement instable. En conséquence, on préfère utiliser de plus petites quantités d'eau. D'une manière typique, la quantité d'eau est dans l'intervalle allant d'environ 7 à 300 parties en poids pour 100 parties de composition génératrice de gaz.

Afin d'accroître encore la stabilité chimique des azides métalliques, on préfère employer un milieu organique soluble dans ou miscible à l'eau en une quantité allant d'environ 7 à 300 parties en poids pour 100 parties de composition productrices de gaz.

L'addition du milieu organique à l'eau peut améliorer, de la manière que l'on désire le plus, la dureté des granules de la composition productrice de gaz en vue du moulage par compression. Ainsi, la séparation de phase des articles moulés par compression tels que les comprimés et

l'enlèvement par cassure du bord des articles moulés par compression peuvent être avantageusement empêchés.

Comme exemples de milieux organiques appropriés , on peut citer les alcools aliphatiques ayant 1 à 6 atomes de carbone tels que l'alcool méthylique, l'alcool éthylique, l'alcool n-propylique, l'alcool isopropylique, l'alcool n-butylique, l'alcool n-hexylique ; les cétones aliphatiques ayant 3 à 5 atomes de carbone tels que l'acétone , la méthyléthylcétone, la diéthylcétone ; et les éthers aliphatiques ayant 2 à 5 atomes de carbone comme l'éther méthylique, l'éther éthylique, et le méthyléthyléther.

L'azide métallique est légèrement instable vis à vis de l'eau et considérablement instable en milieu acide. Aussi, lorsque l'azide métallique à l'état humide est mis en contact avec un métal tel que le cuivre, le plomb , l'argent ou des alliages de ces métaux, l'odeur de décomposition de l'azide métallique est perçue et la décoloration de cet azide est observée. En conséquence, le contact de l'azide métallique avec de tels métaux ou alliages au cours de la formation de granules et de comprimés doit être évité autant que possible. Cependant, il a été aussi découvert que, lorsqu'on ajoute un composé alcalin à l'eau ou à un mélange d'eau et de milieu organique , l'odeur de décomposition et la décoloration de l'azide métallique pouvaient être réduites.

Comme exemples de composés alcalins , on peut citer l'hydroxyde de lithium, l'hydroxyde de sodium, l'hydroxyde de potassium, l'hydroxyde de strontium, l'hydroxyde de baryum, le carbonate de lithium, le carbonate de sodium, le carbonate de potassium, le carbonate de strontium, le bicarbonate ou carbonate acide de lithium, le bicarbonate ou carbonate acide de sodium et le bicarbonate ou carbonate acide de potassium.

Les quantités de composé alcalin sont de préférence d'environ 0,1 à 5 parties en poids pour 100 parties en poids de la composition productrice de gaz.

Tous procédés classiques de formation de granules de la composition génératrice de gaz par addition d'eau ou

d'une solution mixte d'eau et d'un milieu ou agent organique peuvent être employés. Par exemple, l'eau ou une solution eau-milieu organique est uniformément ajoutée aux constituants pulvérulents de la composition génératrice de gaz par
5 pulvérisation ou par d'autres moyens et le mélange résultant est intimement mélangé tout en contrôlant la viscosité du-dit mélange, lequel est ensuite passé à travers une toile ou gaze constituée de métal ou de fibres ou à travers une plaque
10 possédant une pluralités de trous, sous pression, pour obtenir des granules. La composition génératrice de gaz pulvérulente peut aussi être extrudée, à l'état humide, à travers une fente ou plaque possédant une pluralité de trous, au moyen d'un dispositif d'extrusion. On peut aussi employer
15 un procédé de granulation fluidisée de flottement de la composition productrice de gaz pulvérulente par soufflage d'air et pulvérisation sur celle-ci d'eau ou d'une solution mélangée d'eau et de milieu organique, pour former des granules. Le composé alcalin peut être soit mélangé avec la composition génératrice de gaz avant granulation, soit dissoute dans
20 l'eau ou dans la solution eau - milieu organique.

Les granules sont ensuite séchés à une température allant de la température ambiante à environ 120° C, pendant 10 minutes à 48 heures. La dimension maximale de
25 particules des granules pour le moulage par compression correspond de préférence à la dimension des mailles d'un tamis classique Tyler n° 10.

Les granules ainsi obtenus sont soumis au moulage par compression à une pression qui correspond typiquement
30 à une force de 50 kg à 20.000 kg par comprimé et de préférence d'environ 100 à 1000 kg par comprimé pour obtenir lesdits comprimés.

L'invention sera maintenant illustrée par les exemples ci-après qui sont donnés à titre non limitatif ;
35 sauf indication contraire, toutes les parties sont exprimées en poids.

Exemple 1.

On mélange intimement dans un mélangeur planétaire en acier inoxydable , du type "Shinagawa" , pendant 5 minutes, 95 parties d'azide de strontium, 5 parties de perchlorate de potassium, 5 parties de silicate de magnésium-aluminium $\left[\text{Al}_2\text{O}_3 \right]$ (= 31 % en poids). MgO (=10 % en poids). SiO_2 (=36 % en poids) . H_2O (= 23 % en poids) $\left[\right]$ et 20 parties d'eau, et on extrude le mélange résultant à travers une toile de fils métalliques, en acier inoxydable, à 40 mailles / 2,54 cm , pour obtenir des granules. Ces granules sont séchées ensuite à 60° C, dans un sécheur à air très chaud, pendant 3 heures. Lorsqu'on utilise une toile métallique en fil de cuivre , de 40 mailles / 2,54 cm au lieu de la toile précitée en acier inoxydable, les granules résultant prennent une coloration jaune.

Les granules sont soumis au moulage par compression pour donner des comprimés de 5 mm de diamètre et de 2 mm d'épaisseur , au moyen d'une machine rotative de fabrication de comprimés (connue sous la dénomination commerciale "RTS-9", disponible auprès de la Kikusui Manufacturing Co., Limited), sans aucune inflammation. Ces comprimés ainsi produits ont un lustre ou brillant de surface légèrement imparfait et on observe la cassure du bord de seulement très peu de comprimés ; la résistance à la rupture de ces comprimés est de 2,0 kg.

Dans un récipient de combustion en fer, de forme cylindrique et d'une capacité de 150 cm^3 , dont la paroi latérale est perforée de 100 trous circulaires d'échappement de gaz, d'un diamètre de 4 mm chacun, espacés d'une manière uniforme, tandis que le côté externe de ladite paroi latérale est munie d'une couche filtrante de 15 toiles de fils en acier inoxydable (armure toile) de 100 mailles/ 2,54 cm on introduit 200 g. desdits comprimés et deux tubes d'inflammation, chacun contenant 0,2 g d'une composition d'inflammation ou ignition constituée de 15 % en poids de bore et de 85 % en poids de nitrate de potassium.

Le récipient résultant est fixé dans un sac cylindrique plié, en polycaprolactame , ayant un volume de

70 litres et on envoie dans les tubes d'inflammation un courant continu d'environ 2 ampères pour enflammer la composition d'ignition et ensuite la composition productrice de gaz, c'est-à-dire les comprimés, de sorte que le gaz ainsi produit gonfle et déploie le sac.

5 Conformément à une courbe pression-temps relative au contenu du sac, établie au moyen d'un appareil de mesure des efforts, on détermine la durée jusqu'à ce que la pression relative interne du sac atteigne $0,2 \text{ kg/cm}^2$, cette durée étant de 30 millisecondes.

10 On démonte ensuite le récipient de combustion et on recueille le résidu de combustion, à la suite de quoi on analyse quantitativement la quantité d'ions cyanure selon la méthode de la norme japonaise JIS K0102, laquelle quantité est d'au plus 0,2 p.p.m.

15 Exemple de comparaison N° 1.

On mélange intimement dans une machine de pulvérisation et de mélange en acier inoxydable, du type Ishikawa, pendant 30 minutes, 95 parties d'azide de strontium et 5 parties de perchlorate de potassium et on soumet le mélange résultant à un moulage par compression pour obtenir des comprimés de la même manière que dans l'exemple 1. Trois à quatre mouvements alternatifs de descente et de montée des pilons entraînent l'inflammation et on observe l'élimination par cassure du bord des comprimés résultants.

25 Exemple de comparaison N°2.

On mélange intimement, au moyen d'une machine de pulvérisation et de mélange, en acier inoxydable, du type Ishikawa, pendant une heure, 95 parties d'azide de strontium, 5 parties de perchlorate de potassium, 2 parties d'un caoutchouc styrène - butadiène avec un rapport molaire du styrène au butadiène de 40 à 60, et 100 parties de toluène, et on extrude le mélange résultant à travers une toile en fils d'acier inoxydable de 40 mailles / 2,54 cm pour obtenir des granules. Ces granules sont ensuite séchés à 60°C dans un dispositif de séchage à air très chaud, pendant 3 heures.

Ces granules sont soumis à la compression par moulage pour donner des comprimés d'un diamètre de 5 mm et d'une épaisseur de 2 mm par la même machine rotative de fabrication de comprimés que dans l'exemple 1, sans aucune inflammation. Les comprimés ainsi obtenus ont un lustre de surface et le bord des comprimés n'est pas cassé. La résistance à la rupture des comprimés est de 2,5 kg.

De la même manière que dans l'exemple 1, les comprimés sont soumis à la combustion et on détermine, par analyse quantitative, la quantité d'ions cyanure dans le résidu de combustion, laquelle est de 0,82% en poids.

Exemple 2.

On mélange complètement, de la même manière que dans l'exemple de comparaison 1, 85 parties d'azide de strontium, 3 parties de bore, 12 parties de nitrate de potassium, 5 parties de silicate d'aluminium synthétique $[Al_2O_3 (= 9 \% \text{ en poids}).SiO_2 (= 51 \% \text{ en poids}).H_2O (= 39 \% \text{ en poids})]_7$, le composé alcalin, l'eau et l'alcool méthylique en une quantité donnée dans le tableau 1, et on extrude chacun des mélanges résultants à travers une toile de fils de cuivre, de 80 mailles / 2,54 cm, pour obtenir des granules. Ces granules sont ensuite séchés de la même manière que dans l'exemple 1. Les degrés de décoloration des granules sont donnés dans le tableau 1. En utilisant ensuite ces granules, on prépare des comprimés de la même manière que dans l'exemple 1. L'aptitude de ces mélanges à donner des comprimés et la résistance à la rupture de ceux-ci sont donnés dans le tableau 1.

Exemple de comparaison 3.

On mélange complètement, à l'état pulvérulent, 85 parties d'azide de strontium, 3 parties de bore et 12 parties de nitrate de potassium et on soumet le mélange résultant au moulage par compression de la même manière que dans l'exemple 1, pour obtenir des comprimés. On effectue ensuite trois à quatre mouvements alternatifs de descente et de montée des pilons, ce qui entraîne l'inflammation. La séparation de phase des comprimés et l'élimination par cassure du bord des comprimés sont observées.

Exemple 3.

On mélange intimement 90 parties d'azide de sodium, 2 parties de zirconium, 8 parties de nitrate de potassium, 8 parties de silicate de lithium (fabriqué par la firme Nisan Chemical Co., Limited), 30 parties d'eau et 70 parties de chacun des milieux organiques donnés dans le tableau 2 et on utilise chacun des mélanges résultants, de façon à produire des granules et, à partir de ceux-ci, des comprimés, de la même manière que dans l'exemple 1. Les résultats sont donnés dans le tableau 2.

Exemple 4.

On mélange intimement dans une machine de pulvérisation et de mélange en acier inoxydable, du type Ishikawa, pendant 30 minutes, 90 parties d'azide de baryum, 3 parties de bore, 7 parties de perchlorate de potassium, 100 parties d'eau, et un verre soluble dans l'eau (connu sous la dénomination commerciale "n° 3", fabriqué par Kishida Chemical Co., Limited; pour lequel $p = 0$, $r/q = 3,1$ à $3,3$), en une quantité donnée dans le tableau 3, ainsi que 5 parties de silicate de lithium; on utilise le mélange résultant pour produire des granules de la même manière que dans l'exemple 1.

Ces granules sont soumis au moulage par compression pour donner des comprimés d'un diamètre de 2 mm et d'une épaisseur de 3 mm en utilisant une machine de fabrication de comprimés à coup simple (connue sous la dénomination commerciale "2B-T", fabriquée par Kikusui Manufacturing Co., Ltd). Les résultats sont donnés dans le tableau 3.

Exemple 5.

On mélange intimement, pendant une heure, dans une machine de pulvérisation et de mélange du type Ishikawa, en acier inoxydable, 100 parties d'azide de strontium, 20 parties d'eau, 80 parties d'alcool méthylique et un verre aqueux ("N° 2", fabriqué par Kishida Chemical Co., Limited; $p = 0$, $r/q = 2,4$ à $2,6$) en une quantité donnée dans le tableau 4, et on extrude chacun des mélanges résultants à travers un cylindre ayant un pluralité de trous traversant ledit

cylindre et ayant un diamètre de 1,5 mm, au moyen d'une machine de granulation à usages multiples, pour expérimentation (dénomination commerciale "HU-C.G.N.T.", fabriquée par Hata Ironworks, Limited), pour obtenir des granules.

5 Ces granules sont ensuite séchés à 50 ° C dans un dispositif de séchage à air très chaud, pendant 5 heures.

Ces granules sont moulés en comprimés d'un diamètre de 6 mm et d'une épaisseur de 2,5 mm par la même machine de fabrication de comprimés que dans l'exemple 4. Les résultats
10 sont représentés dans le tableau 4.

Exemple 6.

On mélange intimement, de la même manière que dans l'exemple de comparaison 1, 70 parties d'azide de sodium, 4 parties de bore, 27, 5 parties de perchlorate de potassium,
15 5 parties du même silicate d'aluminium synthétique que dans l'exemple 2, 0,3 partie de carbonate de sodium et chacune des solutions mélangées d'eau et d'acétone données dans le tableau 5, dans la quantité indiquée sur ce tableau, et on
20 utilise chacun des mélanges résultants pour produire des granules et ensuite des comprimés, de la même manière que dans l'exemple 1. Les résultats sont donnés dans le tableau 5.

Exemple 7.

On mélange intimement, de la même manière que dans l'exemple de comparaison 1, 80 parties d'azide de strontium,
25 0,7 parties de bore, 2,3 parties de silicium, 13 parties de tétra-oxyde de tri-plomb, 4 parties de silicate de magnésium-aluminium ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$, fabriqué par Fuji Chemical Industry Co., Limited), 5 parties du même verre aqueux que
30 dans l'exemple 5 et chacune des solutions mélangées d'eau et de méthanol dans la quantité indiquée dans le tableau 6, à la suite de quoi on extrude chacun des mélanges résultants à travers une plaque ayant une pluralité de trous qui la traversent, d'un diamètre de 1,5 mm, au moyen d'une machine
35 de fabrication de granulés (dénomination commerciale "EXD-60", fabriquée par Fuji Powder Co., Limited) pour donner des granules, à la suite de quoi on sèche ces granules à 60° C dans un dispositif de chauffage à air très chaud, pendant

3 heures. Les granules résultant sont moulés en comprimés d'un diamètre de 6 mm et d'une épaisseur de 2,5 mm par la même machine de fabrication de comprimés que dans l'exemple 4. Les résultats sont donnés dans le tableau 6.

5

Exemple 8

On mélange intimement , à l'état pulvérulent, 80 parties d'azide de strontium , 4 parties de bore, 16 parties de perchlorate de potassium et 5 parties de silicate d'aluminium synthétique ayant passé à travers un tamis de 325 mailles / 2,54 cm (fabriqué par Takeda Chemical Industry Co., Limited) et on moule le mélange résultant en comprimés cylindriques d'un diamètre de 5 mm et d'une épaisseur de 2 mm par la même machine de fabrication de comprimés que dans l'exemple 4, sans observer aucune inflammation pendant la fabrication. On observe pendant la fabrication des comprimés, un léger collage du mélange pulvérulent aux pilons . La résistance à la rupture des comprimés résultants est de 2,0 kg.

La sensibilité au frottement ou friction et la sensibilité au choc par chute d'un marteau, pour la composition productrice de gaz, à l'état pulvérulent, sont données dans le tableau 7.

Dans un récipient de combustion en fer, cylindrique et d'une capacité de 150 cm^3 , pourvu d'une plaque formant couvercle et ayant 100 trous circulaires d'un diamètre de 4 mm répartis à intervalles réguliers, on introduit de manière étanche 200 g des comprimés et un tube d'ignition, à la suite de quoi on soumet le récipient à un essai de vibration pendant 20 heures sous une accélération maximale de 1960 cm/s à une fréquence de 15 Hz au moyen d'un dispositif d'expérimentation producteur de vibrations (fabriqué par Ito Precision Co., Limited). 0,5 % en poids du total des comprimés passe à travers un tamis de 20 mailles/cm².

Dans un récipient de combustion en fer, cylindrique et d'une capacité de 150 cm^3 , dont la paroi latérale est perforée de 100 trous circulaires de sortie de gaz , d'un diamètre de 4 mm, tandis que le côté externe de cette paroi

latérale est muni d'une couche de toiles ou gaz métalliques en acier inoxydable, comme indiqué dans le tableau 8, on introduit 200 g des comprimés, une tête de fusion à tricinat et deux tubes d'ignition, chacun contenant 5 0,2 g de bore et du nitrate de potassium dans un rapport pondéral de 15 à 85. Le récipient est adapté ou placé dans un sac cylindrique plié, en polycaprolactame, ayant un volume de 70 litres, à la suite de quoi on envoie dans les tubes d'ignition un courant continu d'environ 2 ampères pour 10 enflammer la composition d'ignition et ensuite les comprimés, de sorte que du gaz est produit qui gonfle et déploie le sac. La durée requise pour que la pression relative interne du sac atteigne 0,2 kg/cm² est de 22 millisecondes, tandis que la durée pour que la pression intérieure dans le sac 15 atteigne la valeur maximale est de 45 millisecondes.

On démonte ensuite le récipient de combustion et on recueille le résidu de combustion, à la suite de quoi on détermine, par analyse quantitative, la quantité d'ions cyanure et la quantité de résidu métallique. Les résultats 20 sont donnés dans le tableau 9.

La composition du gaz dans le sac après son déploiement est donné dans le tableau 10. L'azote, l'oxygène, l'oxyde de carbone, le méthane et le gaz carbonique sont analysés quantitativement en recueillant le gaz dans le sac immédiatement 25 après son déploiement, au moyen d'une seringue, et en analysant ce gaz par un chromatographe à gaz du type à conductibilité thermique (fabriqué par Shimazu Manufacturing Co., Ltd). Dans ce cas, on emploie une colonne de charbon actif pour le gaz carbonique et une colonne de 30 tamis moléculaire 5A pour les gaz résiduels. Pour le monoxyde d'azote et le dioxyde d'azote, on recueille 50 cm³ du gaz dans le sac, immédiatement après son déploiement, au moyen d'une seringue et on l'analyse selon la méthode de la norme japonaise JIS K0104. Pour le cyanure d'hydrogène, 35 on aspire 50 cm³ du gaz dans le sac au moyen d'une pompe à vide, à travers une solution aqueuse d'hydroxyde d'ammonium à 2 %, et l'ion cyanure absorbé dans cette solution est analysé selon la méthode de la norme japonaise JIS K 0102.

Pour l'analyse du résidu métallique , on a ajouté au résidu de combustion 5 ml d'acide chlorhydrique concentré, 7,5 ml d'acide nitrique concentré et 5 ml d'eau et on a chauffé le mélange pendant 10 à 20 minutes. Après enlèvement des substances qui flottaient, la solution de mélange a été diluée avec de l'eau jusqu'à 250 ml et analysée avec un spectroscope à absorption atomique (fabriqué par Hitachi-Perkinelmer CO., Limited).

Afin de déterminer la quantité de résidu de combustion qui a passée à travers la couche de tissus ou gazes en fils et qui s'est échappée dans le sac, on a aspiré 10 litres de gaz dans le sac après gonflage et déploiement, au moyen d'une pompe à vide avec un débit d'aspiration de 10 litres / mn pour les faire passer à travers un papier-filtre à pores très fins pour enlèvement de poussière, et la quantité de résidu recueillie sur le papier-filtre a été pesée, ce qui a donné 20 mg.

Exemple de comparaison n° 4

On a intimement mélangé , dans leur état pulvérulent , 80 parties d'azide de strontium, 4 parties de bore et 16 parties de perchlorate de potassium et on a moulé le mélange résultant en comprimés cylindriques d'un diamètre de 5 mm et d'une épaisseur de 2 mm, de la même manière que dans l'exemple 4. Lorsque les comprimés ayant été soumis à la compression ont été déchargés par le pilon inférieur, la plupart d'entre eux se sont enflammés en raison du frottement. Même si l'inflammation ne se produisait pas, ce qui arrivait rarement, on n'obtenait pas de comprimés de forme parfaite. La sensibilité au frottement et la sensibilité au choc par chute d'un marteau pour le mélange pulvérulent avant la formation de comprimés sont données dans le tableau 7.

Exemple de comparaison N°5.

On mélange intimement , de la même manière que dans l'exemple de comparaison 1, 80 parties d'azide de strontium, 4 parties de bore, 16 parties de perchlorate de potassium, 2 parties d'un caoutchouc styrène - butadiène constitué de styrène et de butadiène dans un rapport pondéral de 40 à 60 et

20 parties de toluène , et on a fait passer le mélange résultant à travers une toile en fils d'acier inoxydable de 40 mailles / 2,54 cm au moyen d'une spatule de caoutchouc pour obtenir des granules, à la suite de quoi ces granules ont
5 été séchées pendant 10 heures à 60° C dans de l'air très chaud.

Les granules résultant ont été moulés en comprimés de la même manière que dans l'exemple 8 sans aucune inflammation . La résistance à rupture des comprimés était de 0,8 kg.
10 La sensibilité au frottement et la sensibilité au choc par chute d'un marteau pour ce mélange, avant formation des comprimés, sont données dans le tableau 7.

De la même manière que dans l'exemple 8, on a gonflé
15 le sac et on l'a déployé , en utilisant 200 g des comprimés, à la suite de quoi on a analysé quantitativement la composition du gaz dans le sac et la quantité d'ions cyanure dans le résidu de combustion . Les résultats sont donnés dans les tableaux 9 et 10.

20 Exemple 9.

On mélange intimement 80 parties d'azide de strontium , 8 parties de zirconium, 12 parties de perchlorate de potassium et 3 parties de silicate de magnésium (connu sous la dénomination commerciale "Hifiller Talc N° 16"; dimensions de particules : passage à travers un tamis de 325 mailles / 2,54 cm ;
25 produit fabriqué par Matsumura Industry Co. Limited), et on a moulé le mélange résultant en comprimés de la même manière que dans l'exemple 8, sans aucune inflammation. La résistance à la rupture des comprimés était de 1,5 kg. La sensibilité au frottement et la sensibilité au choc par chute
30 d'un marteau pour ce mélange, avant la formation de comprimés, sont données dans le tableau 11.

De la même manière que dans l'exemple 8, on gonfle le sac et on le déploie , en utilisant 200 g des comprimés . La durée requise jusqu'à ce que la pression relative interne
35 du sac atteigne 0,2 kg/ cm² était de 22 millisecondes tandis que la durée requise jusqu'à ce que cette pression interne

atteigne sa valeur maximale était de 43 millisecondes.
On a analysé quantitativement la quantité d'ions cyanure dans le résidu de combustion et celle-ci était d'au plus 0,2 p.p.m.

5 Exemple de comparaison n° 6.

On a répété l'exemple 9 pour obtenir des comprimés, mais on n'a pas employé de silicate de magnésium. Quatre à dix mouvements alternatifs de descente et de montée des pilons ont entraîné l'inflammation des comprimés ; les
10 comprimés résultants ne présentaient pas de lustre dans leur zone latérale tandis que l'on a observé une séparation de phase dans la partie supérieure desdits comprimés. La résistance à la rupture de ceux-ci était de 0,7 kg.

Exemple 10.

15 On a mélangé intimement 85 parties d'azide de strontium , 7 parties de nitrate de potassium et 5 parties de silicate d'aluminium synthétique $Al_2O_3 (SiO_2)_2$ (dimensions de particules : passage à travers un tamis de 254 mailles/2,54 cm) et on a moulé le mélange résultant en comprimés de la même
20 manière que dans l'exemple 8 sans aucune inflammation. La résistance à la rupture des comprimés était de 1,2 kg. Le tableau 11 donne la sensibilité au frottement et la sensibilité au choc par chute d'un marteau pour le mélange, avant la formation des comprimés.

25 On a effectué le même essai de vibrations que dans l'exemple 8 et 0,4 % en poids des comprimés totaux est passé à travers un tamis de 20 mailles / 2,54 cm.

De la même manière que dans l'exemple 8, on a gonflé le sac et on l'a déployé , la durée requise jusqu'à ce que
30 la pression relative interne du sac atteigne 0,2 kg /cm² étant de 27 millisecondes , tandis que la durée requise jusqu'à ce que cette pression interne devienne maximale était de 52 millisecondes. On a analysé quantitativement la quantité d'ions cyanure dans le résidu de combustion et celle-ci
35 était d'au plus 0,2 p.p.m.

Exemple de comparaison n° 7.

On a répété l'exemple 10 pour obtenir des comprimés, excepté que l'on n'a pas employé de silicate d'aluminium synthétique. Trois à quatre mouvements alternatifs de descente et de montée des pistons ont entraîné une inflammation. Le tableau 11 donne la sensibilité au frottement et la sensibilité au choc par chute d'un marteau pour le mélange pulvérulent, avant la formation des comprimés.

Exemple 11.

On a intimement mélangé 85 parties d'azide de strontium, 7 parties de zirconium, 8 parties de perchlorate de potassium, 0,1 partie de tétra-oxyde de tri-plomb et du silicate de magnésium (connu sous la dénomination commerciale "Hifiller Talc n° 11", fabriqué par Matsumura Industry Co., Limited) en une quantité donnée dans le tableau 12, et on a moulé chacun des mélanges résultants en comprimés de la même manière que dans l'exemple 8; l'aptitude des mélanges à la formation de comprimés ainsi que la résistance à la rupture de comprimés sont données dans le tableau 12.

De la même manière que dans l'exemple 8, le sac a été gonflé et déployé, en utilisant des comprimés. La durée requise jusqu'à ce que la pression relative interne du sac atteigne $0,2 \text{ kg/cm}^2$, est donnée dans le tableau 12.

Exemple de comparaison 8.

On a répété l'exemple 11, excepté qu'on n'a pas utilisé de silicate de magnésium; les résultats sont donnés dans le tableau 12.

Exemple 12.

On a intimement mélangé 80 parties d'azide de strontium, 7 parties d'aluminium, 13 parties d'oxyde ferrique, 3 parties de silicate d'aluminium $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{SiO}_2)_2$ et du silicate de magnésium correspondant à diverses dimensions de particules (connu sous la dénomination commerciale "Hifiller

Talc n° 11"; fabriqué par Matsumura Industry Co., Limited)

en une quantité donnée dans le tableau 13, et on a moulé chacun des mélanges résultants en comprimés de la même manière que dans l'exemple 8. L'aptitude des mélanges à former ces comprimés ainsi que la résistance à la rupture des comprimés résultants sont données dans le tableau 13.

Exemple de comparaison 9.

On a répété l'exemple 12, excepté que l'on n'a pas employé de silicate d'aluminium et de silicate de magnésium. L'aptitude du mélange à former des comprimés et la résistance à la rupture de ces comprimés sont données dans le tableau 13.

Exemple 13.

On a intimement mélangé 80 parties d'azide de baryum, 3,4 parties de bore, 16,6 parties de nitrate de potassium et du silicate de magnésium - aluminium $Al_2O_3.MgO.2SiO_2.XH_2O$; connu sous la dénomination commerciale "Zeopan", fabriqué par Fuji Chemical Industry Co., Limited, en une quantité donnée dans le tableau 14 et, de la même manière que dans l'exemple 8, on a moulé chacun des mélanges résultants en comprimés et on a utilisé ces comprimés pour gonfler et déployer le sac. On a analysé quantitativement la quantité d'ions cyanure dans le résidu de combustion et celle-ci correspondait à la présence de traces. L'aptitude des mélanges à donner des comprimés ainsi que la résistance à la rupture de ces comprimés sont données dans le tableau 14.

Exemple 14.

On mélange intimement 80 parties d'azide de baryum, 4 parties de bore, 16 parties de tétra-oxyde de tri-plomb, de l'hydroxyde de sodium en une quantité donnée dans le tableau 15 et 5 parties de silicate d'aluminium, et on moule en continu chacun des mélanges résultants, en comprimés, avec la même machine rotative de fabrication de comprimés que dans l'exemple 1; l'aptitude des mélanges à la formation de comprimés ainsi que la résistance à la

rupture de ces comprimés sont données dans le tableau 15.

De la même manière que dans l'exemple 8, en utilisant des comprimés comprenant 5 parties d'hydroxyde de strontium, mais en utilisant une couche de toiles de fils d'acier inoxydable comme indiqué dans le tableau 16 au lieu de la couche indiquée dans le tableau 8, on a gonflé et déployé le sac. Les résultats sont donnés dans le tableau 17.

Exemple 15.

On a mélangé intimement, pendant 30 minutes, dans une machine de pulvérisation et de mélange du type Ishikawa, 85 parties d'azide de strontium, 3 parties de bore, 12 parties de perchlorate de potassium, 100 parties d'eau et le même verre aqueux que dans l'exemple 4, et on a fait passer chacun des mélanges résultants à travers une toile en fils d'acier inoxydable de 40 mailles / 2,54 cm au moyen d'une spatule de caoutchouc, pour obtenir des granules, à la suite de quoi ceux ci ont été séchés à 60° C pendant 2 heures dans de l'air très chaud.

Les granules ainsi obtenus ont été moulés en comprimés, de la même manière que dans l'exemple 8. Les comprimés présentaient un lustre de surface et ils ont été encore séchés à 60° C, pendant 5 heures. La résistance à la rupture des comprimés résultants est donnée dans le tableau 8.

On a gonflé et déployé le sac, de la même manière que dans l'exemple 8, en utilisant des comprimés comprenant 5 parties du verre aqueux, à la suite de quoi on a analysé le résidu de combustion. Les résultats sont donnés dans le tableau 19.

Exemple 16.

On a mélangé intimement, pendant une heure, dans une machine de pulvérisation et de mélange du type Ishikawa, 80 parties d'azide de baryum, 5 parties de silicium, 3 parties de bore, 13 parties de nitrate de potassium, 100 parties d'eau et un verre aqueux (connu sous la dénomination

commerciale "N° 1", fabriqué par Takeda Chemical Co., Limited; pour lequel $p=0$, $r/q=2,0$ à $2,4$) en une quantité donnée dans le tableau 21, et on a fait passer chacun des mélanges résultant à travers une toile de fils en acier inoxydable de 40 mailles / $2,54 \text{ cm}^2$ pour donner des granules , et on a fait sécher ceux ci à 60° C , pendant 3 heures, dans de l'air très chaud.

De la même manière que dans l'exemple 8, on a moulé les granules résultant en comprimés et on a utilisé ces comprimés pour gonfler et déployer le sac. La durée requise jusqu'à ce que la pression relative interne du sac atteigne $0,2 \text{ kg/cm}^2$ est donnée dans le tableau 20. La quantité d'ions cyanure dans le récipient de combustion a été analysé quantitativement et les résultats sont donnés dans le tableau 20.

Exemple 17.

On mélange intimement, dans une machine de pulvérisation et de mélange du type Ishikawa, 90 parties d'azide de strontium, 3 parties de poudre d'aluminium, 7 parties de perchlorate de potassium, 100 parties d'eau et du chlorure de potassium, ainsi que le verre aqueux comme dans l'exemple 16, en une quantité donnée dans le tableau 21, et l'on fait passer chacun des mélanges résultant à travers une toile en fils d'acier inoxydable de 40 mailles / $2,54 \text{ cm}^2$ pour obtenir des granules , ceux-ci étant ensuite séchés à 60° C pendant 3 heures dans de l'air très chaud.

De la même manière que dans l'exemple 8, on les granules résultant en comprimés et on utilise es comprimés pour gonfler et déployer le sac . La durée requise jusqu'à ce que la pression relative interne du sac atteigne $0,2 \text{ kg/cm}^2$ est donnée dans le tableau 21.

Exemple 18.

On mélange intimement , pendant 30 minutes, dans une machine de pulvérisation et de mélange du type Ishikawa, 80 parties d'azide de strontium , 16 parties de perchlorate de potassium, 4 parties de bore, 80 parties de toluène et 0,5 partie (en tant que caoutchouc) d'une solution de

caoutchouteuse de silicone (dénomination commerciale : "KE-45-RTV"; fabrication par Shinetsu Chemical Co., Limited) et on extrude le mélange à travers une toile en fils d'acier inoxydable de 60 mailles / 2,54 cm , pour obtenir des granules, ceux étant ensuite séchés à 60° C pendant 10 heures dans un dispositif de séchage à air très chaud.

On mélange 100 parties des granules résultants avec du silicate de magnésium en une quantité donnée dans le tableau 22 et on moule en continu chacun des mélanges résultants en comprimés avec la même machine rotative de fabrication de comprimés que dans l'exemple 1. L'aptitude du mélange à donner des comprimés ainsi que la résistance à la rupture de ces comprimés sont données dans le tableau 22.

De la même manière que dans l'exemple 8, on utilise les comprimés pour gonfler et déployer le sac et on recueille le résidu de combustion dans le récipient de combustion, à la suite de quoi on analyse quantitativement la quantité d'ions cyanure. Les résultats sont donnés dans le tableau 22.

Exemple 19.

On mélange intimement, pendant 30 minutes, dans une machine de pulvérisation et de mélange du type Ishikawa, 90 parties d'azide de strontium, 2 parties de bore, 8 parties de perchlorate de potassium, 5 parties du même verre aqueux que dans l'exemple 16, 100 parties d'eau et 3 parties de chacun des composés donnés dans le tableau 23, et on fait passer chacun des mélanges résultants à travers une toile en fils d'acier inoxydable de 40 mailles / 2,54 cm, pour donner des granules, à la suite de quoi on sèche ces granules à 50° C pendant 3 heures dans un dispositif de séchage à air très chaud. Les granules résultants sont moulés en comprimés d'un diamètre de 5 mm et d'une épaisseur de 3 mm par la même machine rotative de fabrication de comprimés que dans l'exemple 1.

De la même manière que dans l'exemple 8, on utilise les comprimés pour gonfler et déployer le sac et on recueille le résidu de combustion dans le récipient de combustion, à la

suite de quoi on analyse quantitativement la quantité d'ions cyanure. Les résultats sont donnés dans le tableau 23.

Exemple 20.

On mélange intimement 80 parties d'azide de baryum,
5 une partie de bore, 19 parties de tétra-oxyde de tri-plomb
et du chlorure de potassium en une quantité donnée dans le
tableau 24, et on moule chacun des mélanges résultants en
comprimés d'un diamètre de 5 mm et d'une épaisseur de 3 mm
avec la même machine de fabrication de comprimés que dans
10 l'exemple 1.

La résistance à la rupture des comprimés et l'apti-
tude des mélanges à former des comprimés sont données dans
le tableau 24.

Lorsque le chlorure de potassium était absent
15 de la composition décrite plus haut, il était impossible
d'effectuer la formation des comprimés en raison de l'inflam-
mation au bout de 3 à 4 mouvements alternatifs de descente
et de montée des pistons. La sensibilité au frottement et
la sensibilité au choc par chute d'un marteau pour les
20 mélanges pulvérulents, avant la formation des comprimés
sont données dans le tableau 25.

On a effectué le même essai de vibrations que
dans l'exemple 8 et on a obtenu un passage de 0,07 %
en poids du total des comprimés à travers un tamis de
25 20 mailles / 2,54 cm.

Dans un récipient de combustion en fer, de forme
cylindrique et d'une capacité de 140 cm³, dont la paroi
latérale était perforée de 200 ouvertures circulaires de
sortie de gaz d'un diamètre de 3 mm, le côté externe de ladite
30 paroi latérale étant muni d'une couche de toiles en fils
d'acier inoxydable, comme indiqué dans le tableau 8, on a
introduit 200 g des comprimés contenant 5 parties de
chlorure de potassium et deux tubes d'inflammation, chacun
de ceux ci contenant la même composition d'inflammation
35 que dans l'exemple 8. Le récipient a été adapté dans un sac
cylindrique plié, en polycaprolactame ayant un volume de 70
litres, à la suite de quoi le sac a été gonflé et déployé de

la même manière que dans l'exemple 8. La durée requise jusqu'à ce que la pression relative interne dans le sac atteigne 0,2 kg/ cm² était de 28 millisecondes tandis que la durée requise pour que cette pression interne du sac atteigne sa valeur maximale était de 60 millisecondes.

On a ensuite démonté le récipient de combustion et on a recueilli le résidu de combustion, à la suite de quoi la quantité d'ions cyanure et de résidu métallique ont été analysés quantitativement. Les résultats sont donnés dans le tableau 26. La composition du gaz du sac gonflé est donnée dans le tableau 27 .

Le résidu échappé dans le sac gonflé à travers la couche de toiles en fils d'acier inoxydable a été mesuré de la même manière que dans l'exemple 8, la quantité déterminée étant de 18 mg.

Exemple 21.

90 parties d'azide de strontium, 4 parties de zirconium, 6 parties de perchlorate de potassium et 5 parties de chacun des composés donnés dans le tableau 28 sont intimement mélangées, chacun des mélanges résultant étant moulé , en continu, en comprimés d'un diamètre de 5 mm et d'une épaisseur de 3 mm par la même machine de fabrication de comprimés à un seul coup que précédemment . L'aptitude des mélanges à former des comprimés, la sensibilité au frottement, et la sensibilité au choc par chute d'un marteau desdits mélanges ainsi que la force de rupture des comprimés sont données dans le tableau 28.

Lorsque les composés donnés dans le tableau 28 sont absents dans la composition décrite ci-dessus, il est presque impossible d'effectuer la fabrication des comprimés en raison de l'ignition survenant au bout de trois à quatre mouvements alternatifs de descente et de montée des pilons.

Exemple 22.

On mélange intimement 90 parties d'azide de strontium, 2 parties de bore, 8 parties de nitrate de potassium et de l'hydroxyde de strontium dans la quantité donnée dans le

tableau 29, et on moule chacun des mélanges résultants en comprimés de 5 mm de diamètre et d'une épaisseur de 3 mm, de la même manière que dans l'exemple 20. L'aptitude des mélanges à donner des comprimés et la force de rupture
5 de ces comprimés sont données dans le tableau 29.

Lorsque l'hydroxyde de strontium est absent dans la composition précitée, l'ignition se produit fréquemment pendant la fabrication des comprimés et lorsque l'ignition ne se produit pas, il est impossible d'obtenir des comprimés
10 de forme parfaite en raison de la séparation de phase.

Exemple 23.

On mélange intimement 80 parties d'azide de sodium, 6 parties de zirconium, 2 parties de silicim, 12 parties de perchlorate de potassium et du chlorure de strontium en une
15 quantité donnée dans le tableau 30. On moule chacun des mélanges résultants en comprimés d'un diamètre de 5 mm et d'une épaisseur de 3 mm de la même manière que dans l'exemple 20. L'aptitude des mélanges à donner des comprimés et la force de rupture de ces composés sont données dans le tableau 30.

Dans les exemples ci-dessus le nombre de mailles est donné en référence à des tamis Tyler. La force de rupture (kg) d'un comprimé est déterminée par mise d'un comprimé entre deux plaques en direction de son diamètre, compression du comprimé au moyen d'une charge et mesure de la pression
20 à la rupture.

L'essai de sensibilité au choc par chute d'un marteau est effectué selon la méthode décrite dans "Industrial Explosive Handbook", publié en 1966 par la Firme Japonaise Industrial Explosive Society.

L'essai de sensibilité au frottement est effectué selon la méthode décrite dans "Industrial Explosive Handbook" publié en 1966, au Japon, par la même société que ci-dessus, en utilisant une machine d'essai par frottement connue sous la dénomination commerciale "BAM".
35

Tableau 1.

| Essai No | Eau (parties) | Méthanol (parties) | Composé. alcalin (parties) | Degré de décolora- tion, | Aptitude à la for- mation de comprimés | Force de rupture des comprimés (kg) |
|-------------|------------------|-----------------------|----------------------------------|--------------------------------|---|---|
| 1 | 10 | 90 | — | Jaune pâle | bonne | 2,5 |
| 2 | 20 | 80 | — | Jaune pâle | -do- | 3,1 |
| 3 | 50 | 50 | — | Jaune | -do- | 3,5 |
| 4 | 70 | 30 | — | Jaune | -do- | 3,7 |
| 5 | 100 | — | — | Jaune intense | -do- | 3,7 |
| 6 | 50 | 50 | NaOH 1 | non décoloré | -do- | 3,2 |
| 7 | 50 | 50 | KHCO ₃ 1 | non décoloré | -do- | 3,4 |

5

10

15

20

25

30

35

Tableau 2.

| Essai n° | Milieu organique | Aptitude à former des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg) |
|----------|---------------------|------------------------------------|---|
| 1 | Alcool éthylique | Bonne | 4,2 |
| 2 | Alcool n-propylique | -do- | 3,2 |
| 3 | Alcool n-butylique | -do- | 4,5 |
| 4 | Ether méthylique | -do- | 4,8 |
| 5 | Méthyléthyléther | -do- | 3,5 |
| 6 | Ether éthylique | -do- | 4,1 |
| 7 | Acétone | -do- | 3,8 |
| 8 | Méthyléthylcétone | -do- | 3,5 |

35 30 25 20 15 10 5

Tableau 3.

| Essai n° | Verre aqueux (parties) | Aptitude à former des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg) |
|----------|---------------------------|---|--|
| 1 | 0,5 | L'enlèvement, par cassure, du bord des comprimés est obser- vé dans certains cas. | 4,1 |
| 2 | 1,0 | Bonne | 5,2 |
| 3 | 2,0 | -do- | 6,1 |
| 4 | 5,0 | -do- | 7,7 |
| 5 | 10,0 | -do- | 7,9 |

Tableau 4.

| Essai n° | Verre aqueux (parties) | Degré de déco- loration | Aptitude à for- mer des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg) |
|----------|---------------------------|----------------------------|--------------------------------------|--|
| 1 | 0,5 | Très légèrement jaune | Bonne | 3,1 |
| 2 | 1,0 | Légèrement jaune | -do- | 4,2 |
| 3 | 2,0 | -do- | -do- | 4,7 |
| 4 | 10,0 | -do- | -do- | 5,2 |
| 5 | 15,0 | -do- | -do- | 6,7 |

Tableau 5.

| Essai n° | Eau (parties) | Acétone (parties) | Aptitude à former des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg.) |
|----------|------------------|----------------------|---------------------------------------|--|
| 1 | 10 | 90 | Bonne | 2,1 |
| 2 | 20 | 80 | -do- | 2,5 |
| 3 | 30 | 70 | -do- | 2,7 |
| 4 | 50 | 50 | -do- | 3,2 |

Tableau 6.

| Essai n° | Eau (parties) | Acétone (parties) | Aptitude à former des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg.) |
|----------|------------------|----------------------|---------------------------------------|--|
| 1 | 10 | 90 | Bonne | 7,2 |
| 2 | 20 | 80 | -do- | 7,9 |
| 3 | 30 | 70 | -do- | 7,5 |
| 4 | 50 | 50 | -do- | 7,9 |

Tableau 7.

| Composition pulvérulente pro- ductrice de gaz | Friction au frottement | | Sensibilité au choc par chute d'un marteau de 5 kg | |
|---|---|----------------|---|-----------------|
| | Probabilité d'ignition ou d'inflammation* | Charge (kg) | Probabilité d'ignition* | Hauteur (cm) |
| Exemple 8 | 1/6 | 6 | 1/6 | 40 |
| Exemple de comparaison n° 4 | 1/6 | 1 | 1/6 | 15 |
| Exemple de comparaison n° 5 | 1/6 | 10 | 1/6 | 40 |

* 1/6 signifie une probabilité d'une fois sur six
essais.

5

10

15

20

25

30

35

Tableau 8.

| Couche de tissus de fils d'acier inoxydable | | |
|--|-----------------------------|---------------------|
| Nombre de mailles du tissu pour une longueur de 2,54 cm | Nombre d'unités successives | Disposition |
| 20 (intérieur) } 1 unité 20 ↓ 100 (extérieur) | 4 | Intérieur de couche |
| 60 (intérieur) } 1 unité 100 (intérieur) ↓ ↓ 100 (extérieur) | 4 | Extérieur de couche |
| 200 | 3 | |
| 300 | 3 | |

5

10

15

20

25

30

35

Tableau 9.

| Compositions productrice de gaz | Analyse du résidu de combustion | | | | | |
|---------------------------------------|---------------------------------|-------------------|------------------------|------------------------|--|----------------------|
| | Strontium (poids %) | Bore (poids %) | Potassium (poids %) | Aluminium (poids %) | Silicium (SiO ₂ ; poids %) | Cyanure (poids %) |
| Exemple 8 | 71,0 | 6,8 | 8,1 | 1,8 | 2,2 | traces |
| Exemple de comparaison n° 5. | 72,0 | 7,1 | 8,5 | - | - | 0,8 |

Tableau 10.

| Compositions productrice de gaz | Composition du gaz du sac | | | | | | |
|---------------------------------|------------------------------|--------------------------------|-----------------------------|--------------------|---------------------------|---------------------------|--------------------------------|
| | Azote moléculaire (volume %) | Oxygène moléculaire (volume %) | Oxyde de carbone (volume %) | Méthane (volume %) | Gaz carbonique (volume %) | Oxydes d'azote (volume %) | Cyanure d'hydrogène (volume %) |
| Exemple 8 | 95,8 | 4,2 | traces | traces | traces | Non détecté | 0,00004 |
| Exemple de comparaison n° 9 | 94,0 | 5,1 | 0,7 | 0,2 | traces | 0,0005 | 0,0003 |

5
10
15
20
25
30
35

Tableau 11.

| Essai n° | Composition pulvérulente pro- ductrice de gaz | Sensibilité au frottement | | Sensibilité au choc par chute d'un marteau de 5 kg | Hauteur (cm) |
|----------|---|---------------------------|-----------------|---|-----------------|
| | | Probabilité d'ignition | Charge (kg.) | | |
| 1 | Exemple 9 | 1/6 | 8 | 1/6 | 30 |
| 2 | Exemple 10 | 1/6 | 16 | 1/6 | 30 |
| 3 | Exemple de comparaison n° 6 | 1/6 | 2 | 1/6 | 15 |
| 4 | Exemple de comparaison n° 7 | 1/6 | 8 | 1/6 | 10 |

Tableau 12.

| Essai n° | Silicate de magnésium (parties) | Aptitude à donner des comprimés | Force de rupture du comprimé (kg) | Durée requise pour l'obtention d'une pression relative interne des sacs de 0,2 kg/cm ² (en millisecondes) |
|-----------------------------------|------------------------------------|---|---|--|
| 1 | 0,2 | Plutôt bonne | 0,5 | 32,5 |
| 2 | 0,5 | Bonne | 0,7 | 32,0 |
| 3 | 1,0 | -do- | 0,8 | 33,0 |
| 4 | 2,0 | -do- | 0,9 | 35,0 |
| 5 | 5,0 | Séparation de phase observée pour certains comprimés | 0,5 | 37,0 |
| Exemple de comparaison n° 8 | 0 | Ignition | 0,3 | 32,0 |

5

10

15

20

25

30

35

Tableau 13.

| Essai n° | Quantités (parties) | Dimensions de parti- cules (nombre de mail- les pour une longueur de 2,54 cm) | Aptitude à for- mer des comprimés | Force de rupture d'un comprimé |
|---------------------------------------|------------------------|--|---|-----------------------------------|
| 1 | 0,2 | 350 | Bonne | 1,0 |
| 2 | 0,5 | -do- | -do- | 1,2 |
| 3 | 1,0 | -do- | -do- | 1,5 |
| 4 | 2,0 | -do- | -do- | 1,1 |
| 5 | 1,01 | 200 | -do- | 0,8 |
| Exemple de com- paraison N°9 | 0 | - | La composition géné- ratrice de gaz tendait à coller aux pilons et les com- primés étaient faciles à casser. | 0,4 |

5

10

15

20

25

30

35

Tableau 14.

| Essai n° | Silicate de magnésium aluminium (parties) | Aptitude à donner des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg.) | Ion cyanure dans le résidu de combustion |
|----------|---|---|--------------------------------------|--|
| 1 | 2 | Séparation de phase des comprimés rarement observée. La composition avait une bonne aptitude au mouillage et les comprimés avaient une surface bien brillante. | 0,8 | des traces |
| 2 | 5 | | 1,2 | -do- |
| 3 | 10 | -do- | 1,8 | -do- |

Tableau 15.

| Essai n° | Hydroxyde de strontium (parties) | Aptitude à donner des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg.) |
|----------|----------------------------------|--|--------------------------------------|
| 1 | 5 | Les comprimés avaient une surface bien brillante | 1,2 |
| 2 | 10 | - do - | 1,8 |
| 3 | 15 | - do - | 2,8 |

5
10
15
20
25
30
35

Tableau 16.

| Couche de toiles en fils d'acier inoxydable | | | | |
|---|----------------|-----------------------------|--------------|---------------------|
| Nombre de mailles des toiles pour une longueur de 2,54 cm | | Nombre d'unités successives | Dispositions | |
| Toiles en fils tissés (armure toile) | 20 (intérieur) | 1 unité | 4 | Intérieur de couche |
| | 40 | | | |
| | 100 | 1 unité | 4 | Extérieur de couche |
| | 60 (intérieur) | | | |
| | 40 (extérieur) | | | |
| Tissage croisé en natte | | | | |
| Chaine : 0,21 mm.de diamètre x 5 | | 1 unité | 3 | |
| Trame : 0,17 mm.de diamètre x 7 | | | | |
| | | | 4 | |
| | | | | |

5

10

15

20

25

30

35

Tableau 17.

| Composition du gaz dans le sac | | | | | | | | | |
|--------------------------------------|---------------------------------------|---|--------------------------------------|--------------------------|---|--|---|--|---|
| Composition génératrice de gaz | Azote moléculaire (volume %) | Oxygène moléculaire (volume %) | Oxyde de carbone (volume %) | Méthane (volume %) | Monoxyde de carbone (volume %) | Dioxyde de carbone (volume %) | Cyanure d'hydrogène (volume %) | Ion cyanure dans le résidu de combustion | Quantité de résidu de combustion échappé dans le sac* (mg.) |
| | | | | | | | | | |
| Essai n° 1 dans exemple 14 | 95,5 | 4,5 | 0,006 | des tra- ces | des tra- ces | des tra- ces | des tra- ces | des tra- ces | 18 |

* pour 10 litres de gaz dans le sac

TABLEAU 18

| Essai N° | Verre aqueux (parties) | Aptitude à former des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg) | Ion cyanure dans résidu de combus- tion |
|----------|---------------------------|--|--|---|
| 1 | 0,5 | On observe rarement la séparation de phase sur les comprimés | 2,2 | non détecté |
| 2 | 1,0 | Bonne | 4,0 | - do - |
| 3 | 2,0 | -do- | 8,1 | - do - |
| 4 | 5,0 | -do- | 9,5 | - do - |
| 5 | 10,0 | -do- | 9,8 | - do - |

TABLEAU 19

| Composition génératrice de gaz | Analyse du résidu de combustion | | | | |
|--------------------------------------|---------------------------------|------------------------|-------------------|-----------------------|---------------------|
| | Strontium (poids %) | Potassium (poids %) | Bore (poids %) | Silicium (poids %) | Sodium (poids %) |
| Essai N° 4 dans exemple 15 | 79,0 | 6,2 | 5,5 | 1,6 | 1,3 |

2219918

TABLEAU 20

| Essai N° | Verre Aqueux (parties) | Aptitude à donner des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg) | Ion cyanure dans le rési- du de combus- tion | Durée requise jusqu'à ce que la pression relative interne du sac atteigne $0,2 \text{ kg/cm}^2$ (millisecondes) |
|----------|---------------------------|--|---|---|--|
| 1 | 0,5 | La séparation de phase est rarement observée | 2,0 | Non détecté | 25,0 |
| 2 | 1,0 | Bonne | 2,8 | -do- | 25,5 |
| 3 | 2,0 | -do- | 5,4 | -do- | 26,2 |
| 4 | 5,0 | -do- | 6,7 | -do- | 28,1 |
| 5 | 10,0 | -do- | 8,1 | -do- | 35,0 |

2219918

TABLEAU 21

| Essai N° | Chlorure de potassium (parties) | Verre aqueux (parties) | Aptitude à former des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg) | Durée requise jusqu'à ce que la pression relative interne du sac s'élève à 0,2 kg/cm ² (millisecondes) |
|----------|---------------------------------|------------------------|---------------------------------|-------------------------------------|---|
| 1 | 0 | 1,0 | Bonne | 3,2 | 29,0 |
| 2 | 5 | 1,0 | -do- | 5,0 | 31,0 |
| 3 | 0 | 5,0 | -do- | 4,4 | 32,5 |
| 4 | 5 | 5,0 | -do- | 8,7 | 36,0 |

TABLEAU 22

| Essai N° | Silicate de magnésium (Parties) | aptitude à former des comprimés | force de rupture des comprimés (kg) | Ion cyanure dans le résidu de combustion (poids %) |
|----------|---------------------------------|---|-------------------------------------|--|
| 1 | 0 | Les comprimés manquent de brillant latéralement. | 0,7 | 0,02 |
| 2 | 0,2 | Les comprimés ont un léger brillant latéralement. | 0,7 | 0,02 |
| 3 | 0,4 | Les comprimés ont un brillant en surface et latéralement. | 0,9 | 0,01 |
| 4 | 1,0 | -do- | 0,6 | 0,01 |

TABLEAU 23

| Essai N° | Composé (parties) | Aptitude à former des comprimés | force de rupture des comprimés (kg) | Ion cyanure dans le résidu de com- bustion |
|----------|----------------------|---------------------------------------|--|--|
| 1 | KCl | Bonne | 6,4 | Non détecté |
| 2 | KBr | -do- | 6,3 | -do- |
| 3 | CaCl ₂ | -do- | 6,0 | -do- |
| 4 | SrCl ₂ | -do- | 6,8 | -do- |
| 5 | NaBr | -do- | 6,5 | -do- |
| 6 | Sr(OH) ₂ | -do- | 7,2 | -do- |

TABLEAU 24

| Essai N° | Chlorure de potassium (parties) | Aptitude à former des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg) |
|----------|------------------------------------|---|--|
| 1 | 0,2 | On observe l'ignition pendant la formation des comprimés dans quelques cas. | 2,0 |
| 2 | 0,5 | On observe rarement l'enlèvement par cassure du bord des compri- més. | 2,4 |
| 3 | 1,0 | Bonne | 2,5 |
| 4 | 2,0 | -do- | 2,5 |
| 5 | 5,0 | -do- | 2,7 |
| 6 | 10,0 | -do- | 3,0 |
| 7 | 20,0 | -do- | 3,1 |

5
10
15
20
25
30
35

TABLEAU 25

| Essai N° | Composition génératrice de gaz. | Sensibilité au frottement | Sensibilité au choc par chute d'un marteau de 5 kg. |
|----------|---------------------------------------|---------------------------|---|
| | | Probabilité d'ignition | Charge (kg) |
| | | Probabilité d'ignition | Hauteur (cm) |
| 1 | Essai n° 3 dans l'exemple 20: | 1/6 | 4 |
| | | 1/6 | 1/6 |
| 2 | Essai n° 4 dans l'exemple 20: | 1/6 | 6 |
| | | 1/6 | 1/6 |
| 3 | Essai n° 5 dans l'exemple 20: | 1/6 | 6 |
| | | 1/6 | 1/6 |
| 4 | Exemple 20 sans chlorure de potassium | 1/6 | 1 |
| | | 1/6 | 1/6 |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

5
10
15
20
25
30
35

| Composition : | | Analyse du résidu de combustion | | | | |
|--------------------|--|---------------------------------|------------|------------|-------------|-------------|
| génétrice de gaz : | | Baryum : | Bore : | Plomb : | Potassium : | Ion Cyanure |
| | | (poids %): | (poids %): | (poids %): | (poids %) | (poids) |
| Essai N° 5 dans | | 68,0 | 23,7 | 1,9 | 2,5 | 0 |
| l'exemple 21 | | | | | | |

TABIEAU 27

| Composition génératrice de gaz | Azote moléculaire : (volume %) | Oxygène moléculaire : (volume %) | Composition du gaz dans le bac | | | | |
|-----------------------------------|-----------------------------------|--|--------------------------------|---------------------------|--------------------|---------------------------|--------------------------------|
| | | | Oxyde de carbone | Gaz carbonique (volume %) | Méthane (volume %) | Oxydes d'azote (volume %) | Cyanure d'hydrogène (volume %) |
| Essai N° 5 dans l'exemple 21 | 96,2 | 3,0 | 0,05 | non détecté | 0,05 | non détecté | non détecté |

5

10

15

20

25

30

35

TABLEAU 28

| Essai N° | Composé | Aptitude à former : des comprimés | Force de rupture : (kg) | Sensibilité au : frottement | Sensibilité au choc par : chute d'un marteau de 5kg : | Probabi: charge: Probabilité : Hauteur : lité : (kg) : d'ignition : (cm) : d'igni- : : tion. : |
|----------|---------------------|--------------------------------------|----------------------------|--------------------------------|--|---|
| 1 | KCl | bonne | 2,8 | 1/6 | 1/6 | 40 |
| 2 | KBr | -do- | 2,1 | 1/6 | 1/6 | 30 |
| 3 | CaCl ₂ | -do- | 2,2 | 1/6 | 1/6 | 50 |
| 4 | SrCl ₂ | -do- | 2,7 | 1/6 | 1/6 | 40 |
| 5 | NaBr | -do- | 1,7 | 1/6 | 1/6 | 40 |
| 6 | Sr(OH) ₂ | -do- | 2,5 | 1/6 | 1/6 | 20 |
| 7 | Aucun | Ignition | - | 1/6 | 1/6 | 20 |

TABLEAU 29

| Essai N° | Hydrure de strontium | Aptitude à former des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg) |
|----------|----------------------|--|-------------------------------------|
| 1 | 0,1 | On observe rarement l'ignition. | 1,7 |
| 2 | 0,5 | On observe rarement l'enlèvement par cassure du bord des comprimés | 2,3 |
| 3 | 1,0 | bonne | 2,2 |
| 4 | 5,0 | - do - | 2,5 |
| 5 | 10,0 | - do - | 2,7 |
| 6 | 15,0 | - do - | 2,6 |

2219918

5

10

15

20

25

30

35

TABLEAU 30

| Essai | Chlorure de strontium (parties) | Aptitude à former des comprimés | Force de rupture des comprimés (kg) |
|-------|------------------------------------|---------------------------------|--|
| 1 | 1 | bonne | 2,8 |
| 2 | 5 | - do - | 3,2 |
| 3 | 10 | - do - | 3,5 |
| 4 | 20 | - do - | 3,5 |

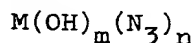
Bien entendu, l'invention n'est nullement limitée aux modes de réalisation décrits et représentés qui n'ont été donnés qu'à titre d'exemple. En particulier, elle comprend tous les moyens constituant des équivalents techniques des
5 moyens décrits ainsi que leurs combinaisons, si celles-ci sont exécutées suivant son esprit et mises en oeuvre dans le cadre des revendications qui suivent.

R E V E N D I C A T I O N S

=====

1.- Composition productrice de gaz, caractérisée en ce qu'elle comprend :

5 (I) au moins un azide métallique choisi dans le groupe formé par les azides de métaux alcalins, les azides de métaux alcalino-terreux et les hydroxy-azides métalliques de formule générale

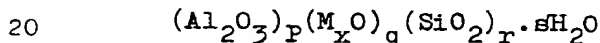


10 dans laquelle M représente le magnésium, le calcium, le strontium, le zinc, le bore, l'aluminium, le silicium, l'étain, le titane, le zirconium, le magnésium, le chrome, le cobalt ou le nickel ; (m + n) représentent une valence atomique de M ; et m et n représentent chacun un nombre positif ;

15 (II) au moins un agent oxydant ou une composition de combustion comprenant au moins un agent oxydant et au moins un agent réducteur ; et

(III) au moins un composé choisi parmi :

- les composés de formule



25 dans laquelle M représente le lithium, le sodium, le potassium le strontium, le magnésium ou le calcium ; x est 1 ou 2 ; p et q représentent zéro ou un nombre positif, respectivement, mais p et q ne sont pas simultanément zéro ; r est un nombre positif ; et s est zéro ou un nombre positif ;

- le chlorure de potassium, le bromure de potassium, le chlorure de calcium, le bromure de sodium, le chlorure de strontium et l'hydroxyde de strontium ;

30 en une quantité d'environ 0,5 à 30 parties en poids pour 100 parties en poids du total de l'azide métallique

(I) et de l'agent oxydant ou de la composition de combustion (II).

2.- Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'azide métallique est choisi dans le groupe formé par
35 l'azide de strontium, l'azide de baryum et l'azide de sodium.

3.- Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que l'agent oxydant est choisi parmi le perchlorate de lithium, le perchlorate de potassium, le perchlorate d'ammonium, le perchlorate de sodium, le chlorate de potassium, le bromate de potassium, le nitrate de potassium, le nitrate de baryum, le peroxyde de lithium, le peroxyde de sodium, le peroxyde de potassium, le peroxyde de baryum, le peroxyde de plomb, le bioxyde de manganèse, l'oxyde ferrique, l'oxyde ferreux-ferrique Fe_3O_4 , l'oxyde de plomb, le tri-oxyde de chrome et le tétra-oxyde de tri-plomb.

4.- Composition selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'agent réducteur est choisi dans le groupe formé par le zirconium, le magnésium, le bore, l'aluminium, le silicium, le ferro-silicium, le titane et le manganèse.

5.- Composition selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que le composé de formule $(\text{Al}_2\text{O}_3)_q (\text{M}_x\text{O})_q (\text{SiO}_2)_r \cdot s\text{H}_2\text{O}$ est choisi parmi les composés de formule $(\text{Na}_2\text{O})_q (\text{SiO}_2)_r \cdot s\text{H}_2\text{O}$; $(\text{K}_2\text{O})_q (\text{SiO}_2)_r \cdot s\text{H}_2\text{O}$; $(\text{Li}_2\text{O})_q (\text{SiO}_2)_r \cdot s\text{H}_2\text{O}$; $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p (\text{SiO}_2)_r \cdot s\text{H}_2\text{O}$; $(\text{MgO})_q (\text{SiO}_2)_r \cdot s\text{H}_2\text{O}$; $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p (\text{MgO})_q (\text{SiO}_2)_r \cdot s\text{H}_2\text{O}$; $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p (\text{K}_2\text{O})_q (\text{SiO}_2)_r \cdot s\text{H}_2\text{O}$; $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p (\text{Na}_2\text{O})_q (\text{SiO}_2)_r \cdot s\text{H}_2\text{O}$ et $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p (\text{CaO})_q (\text{SiO}_2)_r \cdot s\text{H}_2\text{O}$, dans lesquelles p , q et r représentent chacun un nombre positif.

6.- Procédé de préparation d'articles moulés par compression susceptibles de produire un gaz, ce procédé comportant application de la composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 et étant caractérisé en ce qu'il consiste à ajouter 7 à 300 parties en poids d'eau à environ 100 parties en poids de ladite composition, à mettre le mélange résultant sous forme de granules, à sécher ces granules et à soumettre les granules séchés à un moulage par compression.

7.- Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'on emploie, en même temps que l'eau, environ 7 à 300 parties en poids d'un milieu organique soluble dans ou miscible à l'eau et choisi dans le groupe formé par les alcools aliphatiques ayant 1 à 6 atomes de carbone, les cétones aliphatiques ayant 3 à 5 atomes de carbone et les éthers aliphatiques ayant 2 à 5

atomes de carbone.

5 8.- Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que la composition productrice de gaz précitée contient environ 0,5 à 5 parties en poids d'un composé alcalin choisi dans le groupe formé par l'hydroxyde de lithium, l'hydroxyde de sodium, l'hydroxyde de potassium, l'hydroxyde de strontium, l'hydroxyde de baryum, le carbonate de lithium, le carbonate de sodium, le carbonate de potassium, le carbonate de strontium, le bicarbonate de lithium, le bicarbonate de sodium et le bicarbonate de potassium.

10 9.- Articles moulés obtenus par le procédé selon l'une des revendications 6 à 8.